

(19)



JAPANESE PATENT OFFICE

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11) Publication number: **08264552 A**

(43) Date of publication of application: **11.10.96**

(51) Int. Cl

H01L 21/324
H01L 21/02

(21) Application number: **07090135**

(22) Date of filing: **24.03.95**

(71) Applicant: **TOSHIBA CERAMICS CO LTD NIIGATA TOSHIBA CERAMICS KK**

(72) Inventor: **SHIRAI HIROSHI
YOSHIKAWA ATSUSHI
KAMITARI YUKARI
SHIMOI NORIHIRO
SANADA MASAYUKI
TORIHASHI SHIYUUJI**

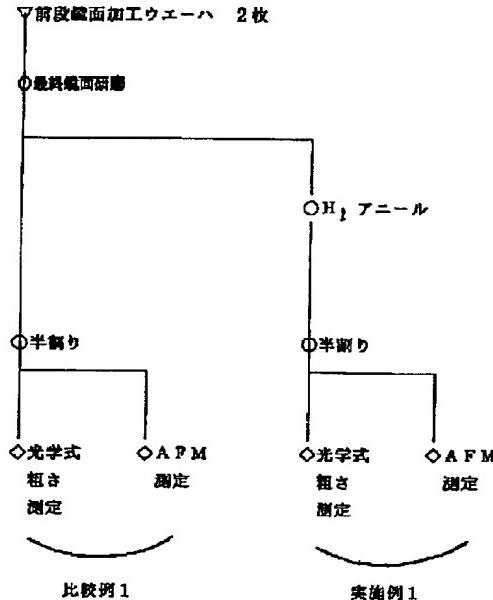
(54) PRODUCTION OF SILICON WAFER

(57) Abstract:

PURPOSE: To obtain a method for producing a silicon wafer in which the surface can be finished with high quality at low cost.

CONSTITUTION: A silicon wafer wherein the roughness Ra, rms and P-V are 0.08-0.70nm, 0.10-0.90nm and 0.80-5.80nm, respectively, within a 90 μ m square frame and 0.13-0.40nm, 0.18-0.50nm and 1.30-2.50nm, respectively, within a 500 μ m square frame is annealed in hydrogen gas atmosphere of 1100-1300°C for 30min - 4 hours.

COPYRIGHT: (C)1996,JPO



(19) 日本国特許庁 (JP)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平8-264552

(43) 公開日 平成8年(1996)10月11日

(51) Int.Cl.⁶
H01L 21/324
21/02

識別記号 庁内整理番号
H01L 21/324
21/02

F I
H01L 21/324
21/02

技術表示箇所
Z
B

審査請求 未請求 請求項の数4 FD (全6頁)

(21) 出願番号 特願平7-90135
(22) 出願日 平成7年(1995)3月24日

(71) 出願人 000221122
東芝セラミックス株式会社
東京都新宿区西新宿1丁目26番2号
(71) 出願人 595055807
新潟東芝セラミックス株式会社
新潟県北蒲原郡聖籠町東港六丁目861番
5号
(72) 発明者 白井 宏
神奈川県秦野市曾屋30番地 東芝セラミ
ックス株式会社開発研究所内
(74) 代理人 弁理士 田辺 徹

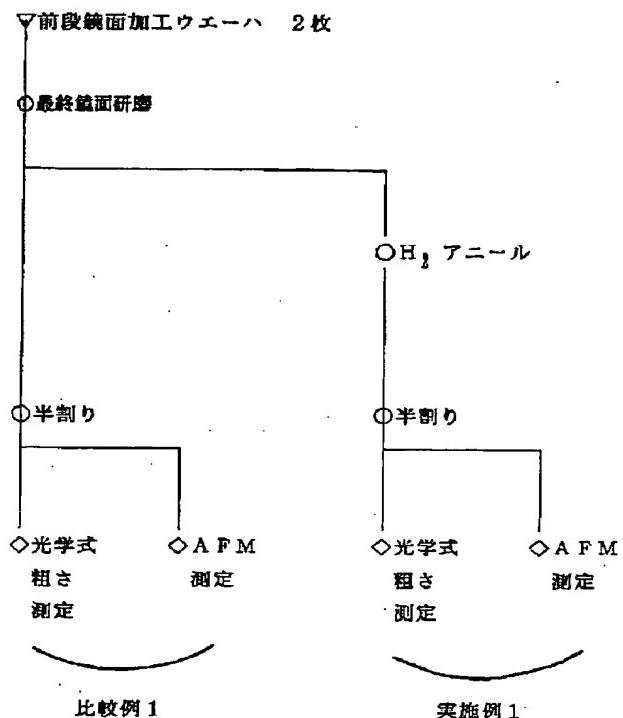
最終頁に続く

(54) 【発明の名称】シリコンウエーハの製造方法

(57) 【要約】

【目的】 低成本で高品質の表面仕上げが可能なシリコンウエーハの製造方法を提供する。

【構成】 $90\mu m$ を一边とする正方形の枠内の粗さで R_a が $0.08 \sim 0.70\text{nm}$ 、 r_{rms} が $0.10 \sim 0.90\text{nm}$ 、 $P-V$ が $0.80 \sim 5.80\text{nm}$ であり、 500nm を一边とする正方形の枠内の粗さで R_a が $0.13 \sim 0.40\text{nm}$ 、 r_{rms} が $0.18 \sim 0.50\text{nm}$ 、 $P-V$ が $1.30 \sim 2.50\text{nm}$ であるシリコンウエーハを、 $1100 \sim 1300^\circ C$ の温度範囲で30分以上4時間以内水素ガス雰囲気中でアニール処理することを特徴とするシリコンウエーハの製造方法。



【特許請求の範囲】

【請求項 1】 $90\text{ }\mu\text{m}$ を一辺とする正方形の枠内の粗さで R_a が $0.08 \sim 0.70\text{ nm}$ 、 r_{ms} が $0.10 \sim 0.90\text{ nm}$ 、 $P-V$ が $0.80 \sim 5.80\text{ nm}$ であり、 500 nm を一辺とする正方形の枠内の粗さで R_a が $0.13 \sim 0.40\text{ nm}$ 、 r_{ms} が $0.18 \sim 0.50\text{ nm}$ 、 $P-V$ が $1.30 \sim 2.50\text{ nm}$ であるシリコンウエーハを、 $1100 \sim 1300^\circ\text{C}$ の温度範囲で 30 分以上 4 時間以内水素ガス雰囲気中でアニール処理することを特徴とするシリコンウエーハの製造方法。

【請求項 2】 アニール処理を施すシリコンウエーハが、前段鏡面研磨工程を施したシリコンウエーハであることを特徴とする請求項 1 に記載のシリコンウエーハの製造方法。

【請求項 3】 アニール処理によって、 500 nm を一辺とする正方形の枠内の粗さで R_a が 0.10 nm 未満、 r_{ms} が 0.12 nm 未満、 $P-V$ が 1.0 nm 未満であるシリコンウエーハを製造することを特徴とする請求項 1 に記載のシリコンウエーハの製造方法。

【請求項 4】 アニール処理によって、ウエーハ表面を原子的に平坦化することを特徴とする請求項 1 に記載のシリコンウエーハの製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】 この発明は、半導体デバイス製造に使用されるシリコンウエーハの製造方法に関し、特に高集積メモリ、フラッシュメモリ素子等を形成するためのシリコンウエーハの製造方法に関するものである。

【0002】

【従来の技術】 シリコン単結晶インゴットをスライスして作成されたウエーハは、ラッピング（粗研磨）工程、面取り工程、鏡面研磨工程、及び必要に応じ化学研磨工程や洗浄工程を経て最終商品のシリコンウエーハとなる。

【0003】 鏡面研磨工程は、例えばコロイダルシリカ等のシリコンに対してエッチング性を持つ研磨剤を用いて行われる。鏡面研磨工程は、一般に前段（1次）鏡面研磨工程と最終鏡面研磨工程から成り、前段鏡面研磨工程ではマクロなフラットネス（flatness）及びラフネス（roughness）が確保され、最終鏡面研磨工程ではミクロなラフネス及びヘイズフリー（haze free）が得られる。ここで、ヘイズとは、15万ルックスの光源をウエーハ表面に照射したとき、光が当たったスポットが全部白濁して見える現象である。

【0004】 一般的に、前段鏡面研磨工程で達成される表面粗さは、 $90\text{ }\mu\text{m}$ を一辺とする正方形の枠内の粗さで R_a が $0.40 \sim 0.70\text{ nm}$ 、 r_{ms} が $0.60 \sim 0.90\text{ nm}$ 、 $P-V$ が $4.00 \sim 6.00\text{ nm}$ 程度であり、 500 nm を一辺とする正方形の枠内の粗さで R_a が $0.20 \sim 0.30\text{ nm}$ 、 r_{ms} が $0.20 \sim 0.$

30 nm 、 $P-V$ が $1.8 \sim 2.0\text{ nm}$ 程度であった。

【0005】 さらに、最終鏡面研磨工程を行うことにより得られる表面粗さは、 $90\text{ }\mu\text{m}$ を一辺とする正方形の枠内の粗さで R_a が $0.20 \sim 0.30\text{ nm}$ 、 r_{ms} が $0.20 \sim 0.30\text{ nm}$ 、 $P-V$ が $2.00 \sim 3.00\text{ nm}$ 程度であり、 500 nm を一辺とする正方形の枠内の粗さで R_a が $0.08 \sim 0.12\text{ nm}$ 、 r_{ms} が $0.10 \sim 0.13\text{ nm}$ 、 $P-V$ が $0.9 \sim 1.1\text{ nm}$ 程度であった。

【0006】 このような表面粗さからも分かるように、前段及び最終の鏡面研磨工程（メカノケミカルポリッシュ）によって、マクロな表面精度及びヘイズフリーは確保可能であるが、原子的平坦面を実現することは難しかった。

【0007】 近年、高集積メモリやフラッシュメモリ素子用のウエーハとして、原子的平坦面を有する高品質のウエーハが求められている。

【0008】 そこで、従来は、前段鏡面研磨工程及び最終鏡面研磨工程を施した後で H₂ アニール処理を行って、原子的平坦性を確保していた。

【0009】 また、より高品質のウエーハを得るために、水素ガス雰囲気中で高温熱処理を施すことにより、ウエーハ表面に含まれる酸素を低減し、微小欠陥（BMD）の少ない無欠陥層（DZ 層）を形成することが提案されている。DZ 層を形成することによって、デバイス工程でのリークを防止し、より高品質のウエーハを得ることができるのである。

【0010】

【発明が解決しようとする課題】 本出願人は、特願平 6-49983 号で、水素ガスのエッチング効果を積極的に利用し、特定範囲の表面状態を有するシリコンウエーハに適用することによって、ウエーハ表面の状態を改善する方法を提案している。この方法によれば、最終の鏡面研磨工程を行わなくとも、良好な表面仕上げを得ることができ、同時に DZ 層をウエーハ表面に形成することができる。

【0011】 本発明は、前記提案の方法を更に改良し、低コストでより高品質の表面仕上げが可能なシリコンウエーハの製造方法を提供することを目的としている。

【0012】

【課題を解決するための手段】 本発明は、請求項 1 ~ 4 のいずれか 1 項に記載のシリコンウエーハの製造方法を要旨としている。

【0013】

【作用】 表面粗さが最終鏡面研磨状態よりも悪い状態のシリコンウエーハに対して、 $1100 \sim 1300^\circ\text{C}$ の温度範囲で 30 分以上 4 時間以内水素ガス雰囲気中でアニール処理を施し、ウエーハ表面の再配列（reconstruction）によりシリコンウエーハの表面粗さを改善する。

【0014】

【実施例】以下、本発明の実施例を詳細に説明する。

【0015】本発明において使用されるシリコンウエーハは、通常のCZ法あるいはFZ法によって製造されたものである。表面粗さは、 $90\text{ }\mu\text{m}$ を一辺とする正方形の枠内の粗さでRaが $0.08\sim0.70\text{ nm}$ 、rmsが $0.10\sim0.90\text{ nm}$ 、P-Vが $0.80\sim5.80\text{ nm}$ であり、 500 nm を一辺とする正方形の枠内の粗さでRaが $0.13\sim0.40\text{ nm}$ 、rmsが $0.18\sim0.50\text{ nm}$ 、P-Vが $1.30\sim2.50\text{ nm}$ である。

【0016】表面粗さが前記上限より粗い場合には、再配列による表面粗さの改善効果が小さく、所望の表面粗さを得ることはできない。その場合、良好な表面仕上げを得るためにには、最終鏡面研磨工程を施さねばならない。

【0017】また、前記下限の表面粗さより優れた表面粗さを確保するためには、最終研磨工程を省略できない。従って、その場合には、コスト高であるばかりか、アニール処理による表面改善効果も少なく、工程的なロスが大きくなる。

【0018】本明細書において、表面粗さRaは、JSB0601で規定される中心線平均粗さを2次元に拡張したものであり、表面上の粗さ曲面を $Z = f(x, y)$ で表わすと、次式で示される。

【0019】

【数1】

$$Ra = \frac{1}{S} \iint_S |f(x, y)| dx dy$$

ここで、Sは測定領域面であり、たとえば、 $90\text{ }\mu\text{m}$ （あるいは 500 nm ）を一辺とする正方形の領域（面積）を示す。

【0020】また、rmsは、自乗平均粗さであり、次式で示される。

【0021】

【数2】

$$rms = \sqrt{\frac{1}{S} \iint_S [f(x, y)]^2 dx dy}$$

また、P-Vは、測定領域面内での最高山頂から最低谷底までの高さを示す。

【0022】前述したようなウエーハは、通常、単結晶インゴットをスライスした後、ラッピング工程及び化学研磨工程を経て、所定の表面粗さとなるまで前段鏡面研磨を行って製造される。

【0023】前記シリコンウエーハに対して、 $1100\text{ }^\circ\text{C}\sim1300\text{ }^\circ\text{C}$ の温度範囲で30分以上4時間以内水素ガス雰囲気中でアニール処理を行う。このアニール処理に

よって、ウエーハの表面粗さを、 500 nm を一辺とする正方形の枠内の粗さでRaが 0.10 nm 未満、rmsが 0.12 nm 未満、P-Vが 1.0 nm 未満となるようになる。

【0024】アニール処理温度が $1100\text{ }^\circ\text{C}$ 未満又は $1300\text{ }^\circ\text{C}$ を超える場合、また、処理時間が30分未満の場合には、表面の改善効果が少なく、前記表面粗さを有するシリコンウエーハを製造することが困難である。また、4時間を超える熱処理工程を行っても、それ以上の表面改善効果が少なく、コスト面及び生産性の面から好ましくない。

【0025】アニール処理工程では、キャリアガスとして不活性ガス等を混入しても良いが、エッチングを効率良く行うためには、実質的に水素ガス 100% 雰囲気で行うことが好ましい。

【0026】前記条件でアニール処理を行うことにより、AFM（原子間力顕微鏡）により測定可能な $1\text{ }\mu\text{m}$ を一辺とする正方形の枠内の以下のミクロな領域では、テラス、ステップ等から構成される原子的平坦面が、ウエーハ表面の再配列(reconstruction)により生成される。その結果、 $1\text{ }\mu\text{m}$ を一辺とする正方形の枠内の以下のミクロな領域の粗さ(Ra、rms、P-V)も低減する。

【0027】この表面粗さ低減効果により、ヘイズフリーでない前段鏡面加工面の粗さを改善して、ヘイズフリー一面を得ることができる。しかし、よりマクロな粗さ（例えば、 $\sim 90\text{ }\mu\text{m}$ を一辺とする正方形の枠内の範囲の粗さ）は、水素アニール処理によっては余り改善されない。このため、前段鏡面研磨の段階で、マクロな粗さを前述した程度まで改善しておくことが必要である。その際、ヘイズフリーを達成する必要はなく、従って鏡面研磨を短時間・低コストで終えることができる。

【0028】本発明方法では、このような表面粗さのシリコンウエーハに対して水素アニール処理を行うことによって、ミクロな平坦性（特に原子的平坦性）を実現でき、同時にヘイズフリーにすることができるのである。

【0029】以下、本発明の実施例1～2及び比較例1～2を詳細に説明するが、本発明は実施例1～2に限定されるものではない。図1～図2は、比較例1と2、および実施例1～2の処理手順を示している。

【0030】まず、CZ法によって引き上げたシリコン単結晶インゴットに対して、スライス工程、ラッピング工程、化学研磨工程、前段鏡面研磨工程を行って、ある程度表面研磨されたシリコンウエーハを得た。

【0031】前段鏡面研磨工程を行ったシリコンウエーハに、従来の最終鏡面研磨工程を施し、 $1200\text{ }^\circ\text{C}$ の温度で1時間、水素ガス雰囲気中でアニール処理を行った（実施例1）。

【0032】一方、熱処理（アニール処理）をしないサンプルを比較例1とし、表面粗さを光学式粗さ計（商品

名“ZYGO”）及び原子間力顕微鏡（AFM）で測定した。

【0033】前段鏡面研磨工程後のシリコンウエーハに對して、1200℃の温度で1時間、水素ガス雰囲気中でアニール処理を行った（実施例2）。

【0034】一方、熱処理（アニール処理）をしないサ

ンブルを比較例2とし、表面粗さを光学式粗さ計（商品名“ZYGO”）及び原子間力顕微鏡（AFM）で測定した。

【0035】これらの結果を、表1に示した。

【0036】

【表1】

サンプル（加工状態）	熱処理	光学式粗さ計 (90 μm □)			AFM (500 nm □)		
		R _a rms (nm)	P-V (nm)		R _a rms (nm)	P-V (nm)	
実施例1（最終鏡面研磨）	有(H ₂)	0.23	0.27	2.27	0.0508	0.08	0.314
実施例2（前段鏡面研磨）	有(H ₂)	0.49	0.62	4.45	0.055	0.07	0.61
比較例1（最終鏡面研磨）	なし	0.20	0.25	2.80	0.1	0.12	1.0
比較例2（前段鏡面研磨）	なし	0.63	0.81	5.54	0.20	0.26	1.9

表1を見ると、前段鏡面研磨を行ったウエーハに水素ガス中で熱処理（アニール処理）を施すと、90 μmを一辺とする正方形の枠内の粗さは改善されないが、500 nmを一辺とする正方形の枠内の粗さを大きく改善できることが分かる。

【0037】また、最終ミラー（鏡面研磨）加工によつて、90 μmを一辺とする正方形の枠内の粗さを改善でき、500 nmを一辺とする正方形の枠内の粗さを前段ミラー加工面の半分程度に改善できることが確認された。この際、前段ミラー加工面で観察されるハイズも無くすことができる。

【0038】さて、前段ミラー加工を最適化すれば、90 μmを一辺とする正方形の枠内の粗さを最終ミラー加工面のレベルまで改善することは可能である。従つて、前段ミラー加工によって、前記範囲の90 μmを一辺とする正方形の枠内の粗さ及び500 nmを一辺とする正方形の枠内の粗さを確保すれば、最終ミラー加工を水素ガスアニールで置き替え可能であることが分かる。

【0039】ここで注目すべきは、最終ミラー加工を水素ガスアニール処理で置き替えたウエーハにおいては、ミクロな粗さ（500 nmを一辺とする正方形の枠内

20 の）を従来のウエーハ（前段ミラー加工→最終ミラー加工）よりも低減できるばかりでなく、テラスやステップにより構成される原子的平坦面を得ることができることである。なお、前述したように、通常の最終ミラー加工面は、原子的平坦性を有さず、原子的にはランダム面となっている。

【0040】このような原子的平坦面は、フラッシュメモリー等の極薄な酸化膜の信頼性を向上させる上で重要なと考えられており、従つて、本発明方法によれば非常に有用なシリコンウエーハを製造することができるものである。

【0041】

【発明の効果】本発明によれば、低成本で高品質の表面仕上げが可能なシリコンウエーハを製造することができる。特に、従来は必須であった仕上げ（最終）鏡面研磨工程を行わなくとも、同程度以上の表面精度を実現でき、しかも、仕上げ面を原子的に平坦化することが可能である。

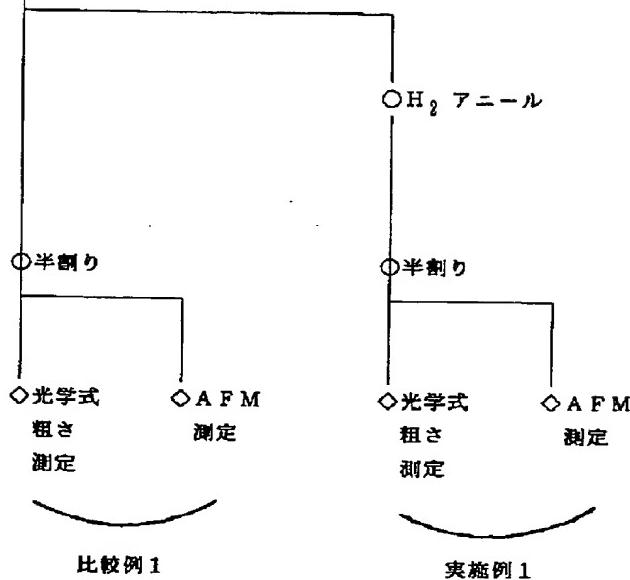
【図面の簡単な説明】

【図1】実施例1と比較例1の処理手順を示す説明図。

【図2】実施例2と比較例2の処理手順を示す説明図。

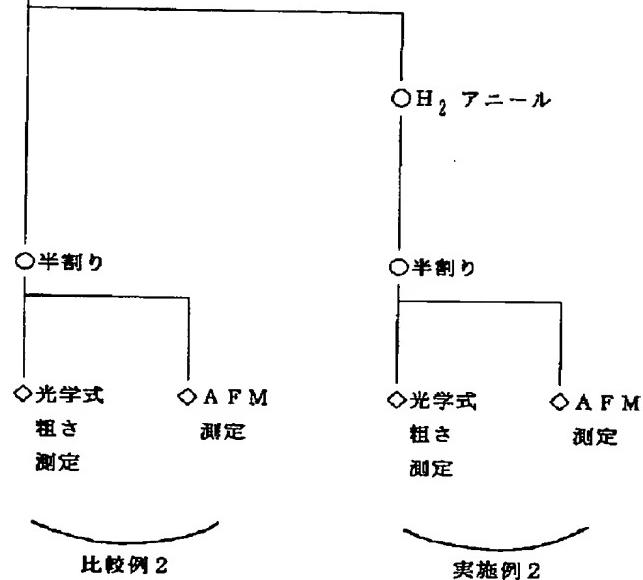
【図 1】

▽前段鏡面加工ウエーハ 2枚



【図 2】

▽前段鏡面加工ウエーハ 2枚



【手続補正書】

【提出日】平成 8 年 3 月 27 日

【手続補正 1】

【補正対象書類名】図面

【補正対象項目名】図 1

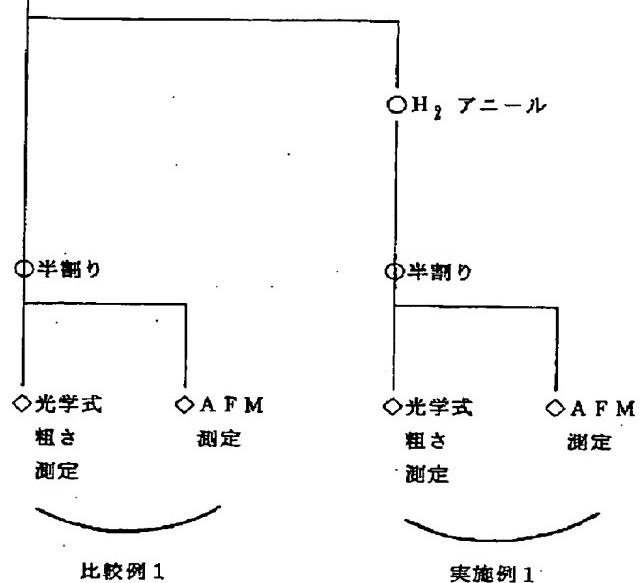
【補正方法】変更

【補正内容】

【図 1】

▽前段鏡面加工ウエーハ 2枚

○最終鏡面研磨



フロントページの続き

(72) 発明者 吉川 淳
神奈川県秦野市曾屋 30 番地 東芝セラミックス株式会社開発研究所内

(72) 発明者 神足 由加里
新潟県北蒲原郡聖籠町東港六丁目 861 番
5号 新潟東芝セラミックス株式会社内

(72) 発明者 下井 規弘
新潟県北蒲原郡聖籠町東港六丁目 861 番
5号 新潟東芝セラミックス株式会社内

(72) 発明者 真田 昌之
新潟県北蒲原郡聖籠町東港六丁目 861 番
5号 新潟東芝セラミックス株式会社内

(72) 発明者 鳥賀 修治
神奈川県秦野市曾屋 30 番地 東芝セラミックス株式会社開発研究所内